

Udara ambien – Bagian 2: Cara uji kadar nitrogen dioksida (NO₂) dengan metoda *Griess Saltzman* menggunakan spektrofotometer



© BSN 2005

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi.....	i
Prakata	ii
1 Ruang lingkup.....	1
2 Acuan normatif.....	1
3 Istilah dan definisi	1
4 Cara uji	2
4.1 Prinsip.....	2
4.2 Bahan	2
4.3 Peralatan	3
4.4 Pengambilan contoh uji	4
4.5 Persiapan pengujian	4
4.6 Pengujian contoh uji	5
4.7 Perhitungan	5
5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu.....	6
5.1 Jaminan mutu	6
5.2 Pengendalian mutu.....	6
Lampiran A Pelaporan.....	7
Bibliografi.....	8

Prakata

SNI Udara ambien – Bagian 2: Cara uji kadar amoniak (NH_3) dengan metoda Griess Saltzman menggunakan spektrofotometer ini dirumuskan dan diuji coba di laboratorium pengujian dalam rangka validasi metode serta telah dikonsensuskan oleh Subpanitia Teknis Parameter Uji Kualitas Udara dari Panitia Teknis Sistem Manajemen Lingkungan (Panitia Teknis 207S).

Standar ini telah disepakati dan disetujui dalam rapat konsensus dengan peserta rapat yang mewakili produsen, konsumen, ilmuwan, instansi teknis, pemerintah terkait dari pusat maupun daerah pada tanggal 5 – 6 Agustus 2004 di Jakarta.



Udara ambien – Bagian 2: Cara uji kadar nitrogen dioksida (NO₂) dengan metoda *Griess Saltzman* menggunakan spektrofotometer

1 Ruang lingkup

Standar ini digunakan untuk penentuan nitrogen dioksida di udara ambien menggunakan metoda *Griess Saltzman*.

Lingkup pengujian meliputi:

- a) Cara pengambilan contoh uji gas nitrogen dioksida menggunakan larutan penjerap.
- b) Cara perhitungan volum contoh uji gas yang dijerap.
- c) Cara penentuan gas nitrogen dioksida, NO₂ di udara ambien menggunakan metoda *Griess Saltzman* secara spektrofotometri pada panjang gelombang 550 nm dengan kisaran konsentrasi 0,005 ppm sampai 5 ppm udara atau 0,01 µg/L sampai dengan 10 µg/L.

2 Acuan normatif

ASTM D 1607-91 (1995), *Test methode for nitrogen dioxide content of the atmosphere (Griess-Saltzman Reaction)*.

3 Istilah dan definisi

3.1

udara ambien

udara bebas di permukaan bumi pada lapisan troposfir yang dibutuhkan dan mempengaruhi kesehatan manusia, makhluk hidup dan unsur lingkungan hidup lainnya

3.2

µg/Nm³

satuan ini dibaca sebagai mikrogram per normal meter kubik, notasi N menunjukkan satuan volum hisap udara kering dikoreksi pada kondisi normal (25°C, 760 mmHg)

3.3

impinger fritted bubbler

wadah tempat pengambil contoh uji yang dilengkapi dengan ujung silinder gelas yang berada di dasar labu dengan maksimum diameter porositas 60 µ (mikron) yang berguna untuk mengefisiensikan penjerapan gas nitrogen dioksida ke dalam larutan penjerap

3.4

larutan induk

larutan standar konsentrasi tinggi yang digunakan untuk membuat larutan standar konsentrasi lebih rendah

3.5

larutan standar

larutan dengan konsentrasi yang telah diketahui untuk digunakan sebagai pembanding di dalam pengujian

3.6

kurva kalibrasi

grafik yang menyatakan hubungan antara konsentrasi larutan standar dengan hasil pembacaan serapan dan merupakan suatu garis lurus

3.7

larutan penjerap

larutan yang dapat menyerap analat

3.8

blanko laboratorium

larutan penjerap yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama preparasi dan penentuan contoh uji di laboratorium

3.9

blanko lapangan

larutan penjerap yang diperlakukan sebagai kontrol kontaminasi selama pengambilan contoh uji

3.10

pengendalian mutu

suatu kegiatan yang bertujuan untuk memantau kesalahan analisis, baik berupa kesalahan metoda, kesalahan manusia, kontaminasi, maupun kesalahan pengambilan contoh uji dan perjalanan ke laboratorium

4 Cara uji

4.1 Prinsip

Gas nitrogen dioksida dijerap dalam larutan *Griess Saltzman* sehingga membentuk suatu senyawa *azo dye* berwarna merah muda yang stabil setelah 15 menit. Konsentrasi larutan ditentukan secara spektrofotometri pada panjang gelombang 550 nm.

4.2 Bahan

- a) hablur asam sulfanilat ($\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$);
- b) larutan asam asetat glasial (CH_3COOH pekat);
- c) air suling bebas nitrit;
- d) larutan induk N-(1-naftil)-etilendiamin dihidroklorida (NEDA, $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{Cl}_2\text{N}_2$);
 - 1. Larutkan 0,1 g NEDA dengan air suling ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian encerkan dengan air suling sampai tanda tera lalu homogenkan.
 - 2. Larutan tersebut dipindahkan ke dalam botol coklat dan simpan di lemari pendingin.

CATATAN Larutan ini stabil selama 1 bulan yang disimpan dalam lemari pendingin.

- e) aseton ($\text{C}_3\text{H}_6\text{O}$);
- f) larutan penjerap *Griess Saltzman*.
 - 1. Larutkan 5 g asam sulfanilat ($\text{H}_2\text{NC}_6\text{H}_4\text{SO}_3\text{H}$) dalam gelas piala 1000 mL dengan 140 mL asam asetat glasial, aduk secara hati-hati dengan stirrer sambil ditambahkan dengan air suling hingga kurang lebih 800 mL.
 - 2. Pindahkan larutan tersebut ke dalam labu ukur 1000 mL.
 - 3. Tambahkan 20 mL larutan induk NEDA, dan 10 mL aseton, tambahkan air suling hingga tanda tera, lalu homogenkan.

CATATAN Pembuatan larutan penjerap ini tidak boleh terlalu lama kontak dengan udara. Masukkan larutan penjerap tersebut ke dalam botol *pyrex* berwarna gelap dan simpan dalam lemari pendingin. Larutan ini stabil selama 2 bulan.

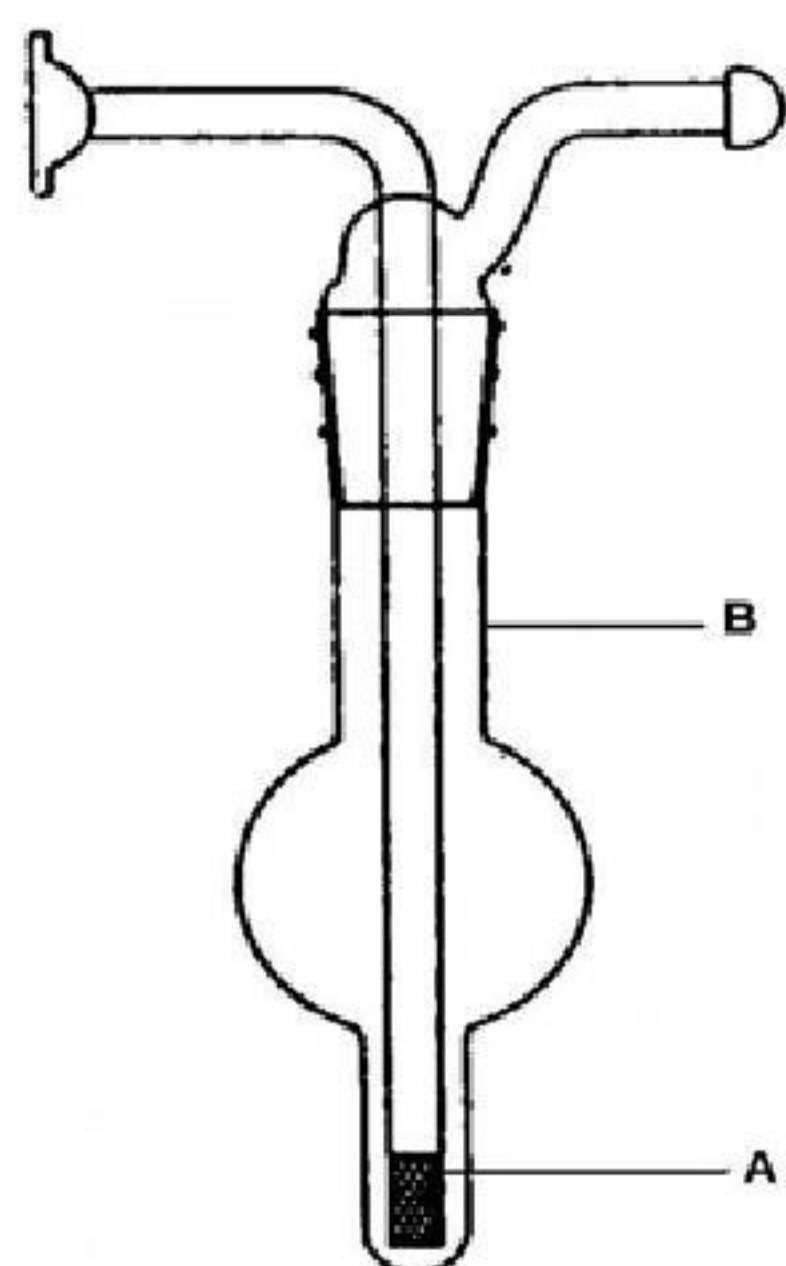
- g) larutan induk nitrit (NO_2^-) 1640 $\mu\text{g/mL}$;
1. Keringkan natrium nitrit (NaNO_2) dalam oven selama 2 jam pada suhu 105°C , dan dinginkan dalam desikator;
 2. Timbang 0,246 g natrium nitrit yang tersebut diatas, kemudian larutkan ke dalam labu ukur 100 mL dengan air suling, tambahkan air suling hingga tanda tera, lalu homogenkan;
 3. Pindahkan larutan tersebut ke dalam botol coklat dan simpan di lemari pendingin.

CATATAN Larutan ini stabil selama 3 bulan.

- h) larutan standar nitrit (NO_2^-);
Masukkan 10 mL larutan induk natrium nitrit ke dalam labu ukur 1000 mL, tambahkan air suling hingga tanda tera, lalu homogenkan.

4.3 Peralatan

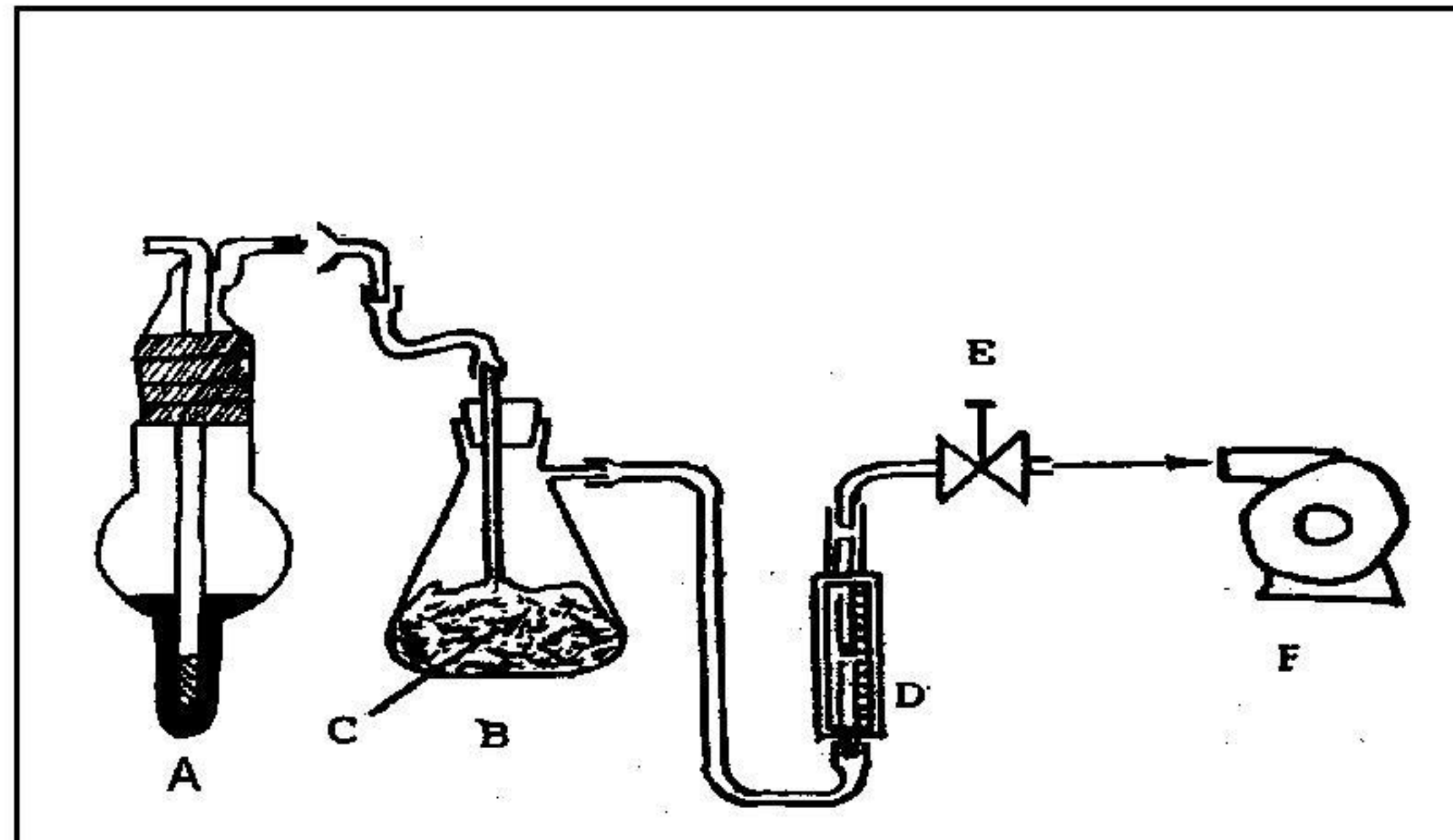
- a) peralatan pengambilan contoh uji NO_2 seperti gambar 2 (setiap unit peralatan disambung dengan selang silikon dan tidak mengalami kebocoran);
- b) labu ukur 100 mL dan 1000 mL;
- c) pipet mikro 0,0 mL; 0,1 mL; 0,2 mL; 0,4 mL; 0,6 mL; 0,8 mL dan 1,0 mL atau buret mikro;
- d) gelas ukur 100 mL;
- e) gelas piala 100 mL, 500 mL dan 1000 mL;
- f) tabung uji 25 mL;
- g) spektrofotometer dilengkapi kuvet;
- h) neraca analitik dengan ketelitian 0,1 mg;
- i) oven;
- j) botol *pyrex* berwarna gelap;
- k) desikator;
- l) alat destilasi; dan
- m) kaca arloji.



Keterangan gambar :

- A adalah ujung silinder gelas yang berada di dasar labu dengan maksimum diameter porositas 60 μ (mikron);
- B adalah botol penjerap dengan volum 100 mL.

Gambar 1 Botol penjerap *Fritted Bubbler*



Keterangan gambar :

- | | |
|---|---|
| A adalah botol penjerap (<i>fritted bubbler</i>); | D adalah <i>flow meter</i> yang dapat mengukur laju alir 0,4 L/menit; |
| B adalah perangkap uap (<i>mist trap</i>); | E adalah kran pengatur; |
| C adalah arang aktif atau <i>soda lime</i> ; | F adalah pompa. |

Gambar 2 Rangkaian peralatan pengambil contoh uji NO₂

4.4 Pengambilan contoh uji

- Susun peralatan pengambilan contoh uji seperti pada gambar 2.
- Masukkan larutan penjerap *Griess Saltzman* sebanyak 10 mL ke dalam botol penjerap. Atur botol penjerap agar terlindung dari hujan dan sinar matahari langsung.
- Hidupkan pompa penghisap udara dan atur kecepatan alir 0,4 L/menit, setelah stabil catat laju alir awal (F_1).
- Lakukan pengambilan contoh uji selama 1 jam dan catat temperatur dan tekanan udara.
- Setelah 1 jam catat laju alir akhir (F_2) dan kemudian matikan pompa penghisap.
- Analisis dilakukan di lapangan segera setelah pengambilan contoh uji.

CATATAN Bila pengoksidasi atau pereduksi hadir, pengukuran harus sudah dilakukan maksimum 1 jam setelah pengambilan contoh uji.

4.5 Persiapan pengujian

4.5.1 Pembuatan kurva kalibrasi

- Optimalkan alat spektrofotometer sesuai petunjuk penggunaan alat.
- Masukkan masing-masing 0,0 mL; 0,1 mL; 0,2 mL; 0,4 mL; 0,6 mL; 0,8 mL dan 1,0 mL larutan standar nitrit menggunakan pipet volumetrik atau buret mikro ke dalam tabung uji 25 mL.
- Tambahkan larutan penjerap sampai tanda tera. Kocok dengan baik dan biarkan selama 15 menit agar pembentukan warna sempurna.
- Ukur serapan masing-masing larutan standar dengan spektrofotometer pada panjang gelombang 550 nm.
- Buat kurva kalibrasi antara serapan dengan jumlah NO₂ (µg).

4.6 Pengujian contoh uji

- Masukkan larutan contoh uji ke dalam kuvet pada alat spektrofotometer, lalu ukur intensitas warna merah muda yang terbentuk pada panjang gelombang 550 nm.
- Baca serapan contoh uji kemudian hitung konsentrasi dengan menggunakan kurva kalibrasi.
- Lakukan langkah-langkah 4.6 butir a) sampai b) untuk larutan penjerap yang diukur sebagai larutan blanko.

4.7 Perhitungan

4.7.1 Konsentrasi NO₂ dalam larutan standar

Jumlah NO₂ (µg) tiap 1 mL larutan standar yang digunakan dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$\text{NO}_2 = \frac{a}{100} \times \frac{46}{69} \times \frac{1}{f} \times \frac{10}{1000} \times 10^6$$

dengan pengertian:

NO ₂	adalah jumlah NO ₂ dalam larutan standar NaNO ₂ (µg/mL);
a	adalah berat NaNO ₂ yang ditimbang (g);
46	adalah berat molekul NO ₂ ;
69	adalah berat molekul NaNO ₂ ;
f	adalah faktor yang menunjukkan jumlah mol NaNO ₂ yang menghasilkan warna yang setara dengan 1 mol NO ₂ (nilai f = 0,82);
10/1000	adalah faktor pengenceran dari larutan induk NaNO ₂ ;
10 ⁶	adalah konversi dari gram ke µg.

CATATAN Apabila jumlah NaNO₂ yang ditimbang tepat 0,246 g dan diperlakukan sesuai langkah 4.2 butir e) dan f), maka 1 mL larutan standar NaNO₂ sebanding dengan 20 µg NO₂.

4.7.2 Volum contoh uji udara yang diambil

Volum contoh uji udara yang diambil, dihitung pada kondisi normal (25°C, 760 mmHg) dengan menggunakan rumus sebagai berikut:

$$V = \frac{F_1 + F_2}{2} \times t \times \frac{P_a}{T_a} \times \frac{298}{760}$$

dengan pengertian:

V	adalah volum udara yang dihisap dikoreksi pada kondisi normal 25°C, 760 mmHg;
F ₁	adalah laju alir awal (L/menit);
F ₂	adalah laju alir akhir (L/menit);
t	adalah durasi pengambilan contoh uji (menit);
P _a	adalah tekanan barometer rata-rata selama pengambilan contoh uji (mmHg);
T _a	adalah temperatur rata-rata selama pengambilan contoh uji (K);
298	adalah konversi temperatur pada kondisi normal (25°C) ke dalam Kelvin;
760	adalah tekanan udara standar (mmHg).

4.7.3 Konsentrasi NO₂ di udara ambien

Konsentrasi NO₂ dalam contoh uji dapat dihitung dengan rumus sebagai berikut:

$$C = \frac{b}{V} \times \frac{10}{25} \times 1000$$

dengan pengertian:

- C adalah konsentrasi NO₂ di udara (µg/Nm³);
b adalah jumlah NO₂ dari contoh uji hasil perhitungan dari kurva kalibrasi (µg);
V adalah volum udara yang dihisap dikoreksi pada kondisi normal 25°C, 760 mmHg;
10/25 adalah faktor pengenceran;
1000 adalah konversi liter ke m³.

5 Jaminan mutu dan pengendalian mutu

5.1 Jaminan mutu

- Gunakan bahan kimia berkualitas murni (p.a.).
- Gunakan alat gelas yang terkalibrasi dan bebas kontaminasi.
- Gunakan alat ukur laju alir (*flow meter*), termometer, barometer dan alat spektrofotometer yang terkalibrasi.
- Untuk menghindari terjadinya penguapan yang berlebihan dari larutan penjerap dalam botol penjerap, maka gunakan aluminium foil atau boks pendingin sebagai pelindung terhadap matahari.
- Hindari pengambilan contoh uji pada saat hujan.

5.2 Pengendalian mutu

5.2.1 Uji blanko

- Uji blanko laboratorium

Menggunakan larutan penjerap sebagai contoh uji (blanko) dan dikerjakan sesuai dengan penentuan contoh uji untuk mengetahui kontaminasi, baik terhadap pereaksi yang digunakan maupun terhadap tahap-tahap selama penentuan di laboratorium.

- Uji blanko lapangan

Menggunakan larutan penjerap sebagai contoh uji (blanko) dan dikerjakan sesuai dengan penentuan contoh uji untuk mengetahui kontaminasi, baik terhadap pereaksi yang digunakan maupun terhadap tahap-tahap selama penentuan di lapangan.

5.2.2 Linearitas kurva kalibrasi

Koefisien korelasi (r) lebih besar atau sama dengan 0,998 (atau sama dengan kemampuan laboratorium yang bersangkutan) dengan intersepsi lebih kecil atau sama dengan batas deteksi.

CATATAN Jaminan dan pengendalian mutu diberlakukan sesuai dengan kebijaksanaan laboratorium yang bersangkutan.

Lampiran A
(normatif)
Pelaporan

Catat minimal hal-hal sebagai berikut pada lembar kerja :

- 1) Parameter yang dianalisis.
- 2) Nama dan tanda tangan analis.
- 3) Tanggal analisis.
- 4) Rekaman kurva kalibrasi.
- 5) Batas deteksi.
- 6) Perhitungan.
- 7) Data pengambilan contoh uji.
- 8) Hasil pengukuran blanko.
- 9) Hasil pengukuran contoh uji.
- 10) Kadar NO₂ dalam contoh uji.



Bibliografi

Peraturan Pemerintah Republik Indonesia nomor 41 tahun 1999 tentang Pengendalian Pencemaran Udara. BAPEDAL.

Lodge, James, 1986, *Methods of Air Sampling and Analysis*, Third edition, APHA. Washington. p 389.

Anonim, 1994, *ISO Standar Compaendium, Environment Air Quality, First Edition*.











BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id